## BEST AVAILABLE COPY



(11)Publication number:

2002-080326

(43) Date of publication of application: 19.03.2002

(51)Int.CI.

A61K 7/043

(21)Application number: 2001-187167

(71)Applicant: SHISEIDO CO LTD

(22)Date of filing:

20.06.2001 (72)Invento

(72)Inventor: TAKADA HIROTAKA

/\_/!!!VO!!CO! . 1

KANEKO KATSUYUKI SUHARA TSUNEO

SOYAMA YOSHIKAZU

(30)Priority

Priority number : 2000185009

Priority date : 20.06.2000

Priority country: JP

#### (54) MANICURE PREPARATION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a double layered manicure preparation in which a solution and a powder are separated into tow layers, good in redispersibility of the powder, good in handling in applying and expressing beautiful hue by a coated film on the nail, and further, provide the double layered manicure preparation capable of forming coating films having various pearl hues by one manicure preparation.

SOLUTION: In a double layered manicure preparation in which a solution and a powder are separated into two layers, the powder is a tabular or flaky powder having a large size of  $100-1000~\mu m$  average particle size and the amount of the powder blended in the whole amount of the manicure preparation is  $1.0-10.0~\mu m$ . Further, a double layered manicure preparation prepared by blending  $10-120~\mu m$  as % of small sized pearlescent flaky composite powder and  $10-60~\mu m$  average particle size with the aforesaid large sized tabular or thin flaky powder is claimed in addition to the aforesaid claim 1.

#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Date of final disposal for application

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

OCCU AVAILABLE COPY

#### \* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

#### **CLAIMS**

### [Claim(s)]

[Claim 1] The nail enamel of the bilayer separation type characterized by for powder being [ for mean particle diameter ] tabular [ of a major diameter ] or the thin film integrated circuit powder which is 100-1000 micrometers, and the loadings of this powder being 1.0 - 10.0 % of the weight among the nail enamel whole quantity in the nail enamel of the bilayer separation type which a solution and powder have divided into the bilayer.

[Claim 2] Furthermore, the bilayer separation type according to claim 1 characterized by doing 10-120 mass % combination of the minor diameter thin film integrated circuit composite powder end of 10-60-micrometer mean particle diameter which has pearl gloss to tabular [ of said major diameter ], or thin film integrated circuit powder of nail enamel.

[Claim 3] Tabular [ of said major diameter ] or thin film integrated circuit powder 1 resin multilayer film, a vacuum-plating-of-aluminium film, A kind or two or more sorts of detailed powder which are chosen from what was colored a vacuum-plating-of-aluminium resin multilayer film, tabular aluminum, resin covering tabular aluminum, and these with the certified color or the pigment, And/or, it comes out and is the bilayer separation type nail enamel of a certain claim 1 and two publications in the end of major-diameter thin film integrated circuit mica system composite powder a kind of a metallic oxide and/or a metal hydroxide or two sorts or more were covered by the front face of 2 thin-film-integrated-circuit mica.

[Claim 4] The nail enamel of the bilayer separation type whose end of major-diameter thin film integrated circuit mica system composite powder according to claim 3 is the mean particle diameter of 300-600 micrometers.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2002-80326 (P2002-80326A)

(43)公開日 平成14年3月19日(2002.3.19)

(51) Int.Cl.7

觀別記号

FI

テーマコート\*(参考) 4 C O 8 3

A 6 1 K 7/043

A61K 7/043

審査請求 未請求 請求項の数4 OL (全 10 頁)

(71)出願人 000001959 (21)出願番号 特顧2001-187167(P2001-187167) 株式会社資生堂 (22)出願日 平成13年6月20日(2001.6.20) 東京都中央区銀座7丁目5番5号 (72)発明者 高田 浩孝 (31)優先権主張番号 特願2000-185009(P2000-185009) 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 (32)優先日 平成12年6月20日(2000.6.20) 式会社資生堂第一リサーチセンター内 (33)優先権主張国 日本(JP) (72)発明者 金子 勝之 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内 (72)発明者 須原 常夫 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内

最終頁に続く

#### (54) 【発明の名称】 美爪料

#### (57) 【要約】

【課題】 粉末の再分散性が良く、塗布時の操作性が良く、爪に塗布した皮膜が美しい色調を呈する、溶液と粉末が二層に分離している二層分離タイプの美爪料を提供する。さらに、ひとつの美爪料で変化のあるパール色調を持った塗膜を形成する、溶液と粉末が二層に分離している二層分離タイプの美爪料を提供する。

【解決手段】 溶液と粉末が二層に分離している二層分離タイプの美爪料において、粉末が、平均粒径が100~1000μmの大径の板状もしくは薄片状粉末であり、該粉末の配合量が美爪料全量中1.0~10.0重量%であることを特徴とする二層分離タイプの美爪料。また、さらに、パール光沢を有する平均粒径10~60μmの小径薄片状複合粉末を、前記大径の板状もしくは薄片状粉末に対して10~120質量%配合したことを特徴とする請求項1記載の二層分離タイプの美爪料。

#### 【特許請求の節用】

【請求項1】溶液と粉末が二層に分離している二層分離タイプの美爪料において、粉末が、平均粒径が100~1000μmの大径の板状もしくは薄片状粉末であり、該粉末の配合量が美爪料全量中1.0~10.0重量%であることを特徴とする二層分離タイプの美爪料。

【請求項2】 さらに、パール光沢を有する平均粒径10~60μmの小径薄片状複合粉末を、前記大径の板状もしくは薄片状粉末に対して10~120質量%配合したことを特徴とする請求項1記載の二層分離タイプの美爪料。

【請求項3】前記大径の板状もしくは薄片状粉末が、

1) 樹脂多層フィルム、アルミニウム蒸着フィルム、アルミニウム蒸着樹脂多層フィルム、板状アルミニウム、樹脂被覆板状アルミニウムおよびこれらに法定色素や顔料で着色したものから選ばれる一種又は二種以上の微細粉末、及び/又は、2) 薄片状雲母の表面に金属酸化物及び/又は金属水酸化物の一種又は二種以上が被覆された大径薄片状雲母系複合粉末、である請求項1、2記載の二層分離タイプの美爪料。

【請求項4】請求項3記載の大径薄片状雲母系複合粉末が、平均粒径300~600μmである、二層分離タイプの美爪料。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は二層分離タイプの美 爪料に関する。さらに詳しくは、粉末の再分散性が良 く、塗布時の操作性が良く、爪に塗布した皮膜が美しい 色調を呈する、二層分離タイプの美爪料に関する。

#### [0002]

【従来の技術】美爪料には、爪に色調を付与するため顔料などの粉末が配合される。また、パール剤、ラメ剤等の板状粉末も、爪に塗布するときれいなパール感や干渉色を呈するため、多くの美爪料に配合されている。但し、顔料やパール剤を単に配合しただけでは全部あるいは一部が沈降し、美爪料は二層に分離してしまう。このため、通常のネールエナメルには増粘剤が配合されており、顔料やパール剤の沈降を防いでいる。しかし、より強い色調やパール剤の沈降を防いでいる。しかし、より強い色調やパール感を求めて顔料・パール剤を多量に配合するためには沈降防止のために更なる増粘剤の増量が必要であり、その結果美爪料の粘度上昇が必須となり、塗布しにくくなるという欠点が有った。さらに、つめに塗布した皮膜のパール色調をひとつの美爪料で色々な変化を求めたいとの要望も多かった。

【0003】一方、増粘剤を配合しない二層分離タイプの美爪料を調整した場合は、攪拌球等でのパール剤の再分散が必須となるが、沈降したパール剤はケーキングを起こすため再分散が難しく、必ずしも満足のいくものではなかった。

#### [0004]

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記事情に鑑みてなされたものであり、粉末の再分散性が良く、塗布時の操作性が良く、爪に塗布した皮膜が美しい色調やパール感を呈する、溶液と粉末が二層に分離している二層分離タイプの美爪料を提供することを目的とする。

【0005】さらに、第二の目的は、ひとつの美爪料で変化のあるパール色調を持った塗膜を形成する、溶液と粉末が二層に分離している二層分離タイプの美爪料を提供することにある。

#### [0006]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、粉末として特定の板状もしくは薄片状板状粉末を配合することにより、上記課題が解決されることを見出し、本発明を完成させるに至った。

【0007】すなわち本発明は、溶液と粉末が二層に分離している二層分離タイプの美爪料において、粉末が、平均粒径が100~1000μmの大径板状もしくは薄片状粉末であり、該粉末の配合量が美爪料全量中1.0~10.0重量%であることを特徴とする二層タイプの美爪料に関する。

【0008】また、本発明は、さらにパール光沢を有する平均粒径 $10\sim60\mu$ mの小径薄片状複合粉末を、前記大径板状もしくは薄片状粉末に対して $10\sim120$ 質量%配合したことを特徴とする二層分離タイプの美爪料に関し、これにより塗布時の操作性をさらに向上させ、爪に塗布した皮膜の美しさを向上させることが出来る。さらに、ひとつの美爪料で塗膜の色調に変化をもたらし仕上がりに幅を持たせることができる。

【0009】また、本発明は、前記大径板状もしくは薄片状粉末が、1)樹脂多層フィルム、アルミニウム蒸着フィルム、アルミニウム蒸着オリミニウム、板状アルミニウム、樹脂被覆板状アルミニウムおよびこれらに法定色素や顔料で着色したものから選ばれる一種または二種以上の微細粉末、及び/又は、2)薄片状雲母の表面に金属酸化物及び/又は金属水酸化物の一種又は二種以上が被覆された大径薄片状雲母系複合粉末、であることを特徴とする二層分離タイプの美爪料に関し、さらに分散性がよく、変化のある色調を提供することができる。

【0010】また、本発明は、さらに前記の大径薄片状雲母系複合粉末が、平均粒径300~600μmである、請求項1~3記載の二層分離タイプの美爪料に関し、大径板状もしくは薄片状粉末が、薄片状雲母の表面に金属酸化物及び/又は金属水酸化物の一種又は二種以上が被覆された、平均粒径が300~600μmの大径薄片状雲母系複合粉末であることにより、爪に塗布した皮膜の美しさをさらに向上させることが出来る。

#### [0011]

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施形態について

説明する。

【0012】本発明における二層分離タイプの二層とは、液体と固体からなる二層であり、溶液中に粉末が沈降したものである。

【0013】本発明において用いられる大径の板状もしくは薄片状粉末(以下、大径板状粉末という)は、樹脂多層フィルム、アルミニウム蒸着フィルム、アルミニウム蒸着樹脂多層フィルム、板状アルミニウム、樹脂被覆板状アルミニウム等の微細粉末などの、光輝感を有する樹脂あるいは金属の微粉末(通常ラメ剤と称される)およびパール剤として用いられる薄片状雲母系複合粉末などが挙げられる。

【0014】大径板状粉末の平均粒径は $100\sim100$ 0 $\mu$ mであり、 $50\sim1500\mu$ mの粒度分布をもったものが好ましい。平均粒径が $100\mu$ m未満では再分散性が悪くなり、また $1000\mu$ mを超えると塗布時の操作性や塗膜の美しさが悪くなる。板状粉末の厚さは、 $0.2\sim60\mu$ mが好ましい。 $0.2\mu$ m以下では板状粉末自体の調製が困難となり、 $60\mu$ mを超えると塗膜表面が凸凹になり美しくない。

【0015】大径板状粉末の配合量は、美爪料全量中1.0~10.0質量%が好ましい。1.0質量%未満では、塗布時の操作性が悪くなり、爪に塗布した皮膜の美しさが不足する。10.0質量%を超えて配合すると、塗布時の操作性が悪くなる傾向があり、爪に塗布した皮膜の美しさがかえって劣り、塗膜の強度にも悪影響を及ぼす場合がある。

【0016】発明においては、さらにパール光沢を有する平均粒径 $100\mu$ m未満の薄片状複合粉末を配合することができる。特に、本発明においては、パール光沢を有する平均粒径 $10\sim60\mu$ mの小径薄片状複合粉末をさらに配合することが好ましい。該粉末の配合により、塗布時の操作性が向上し、さらにひとつの美爪料で塗膜の色調に変化をもたらし、仕上がりに幅がでてくる。

【0017】本発明において用いられる前記小径薄片状 複合粉末(以下、小径パール剤ともいう)としては、小 径薄片状雲母を核とし、該核雲母粒子の表面が金属酸化 物及び/又は金属水酸化物の一種または二種以上で被覆 されている小径薄片状雲母系複合粉末が挙げられる。小 径薄片状雲母系複合粉末の核となる小径薄片状雲母は、 天然雲母であっても、合成雲母であってもかまわない。 このうち合成雲母としては、合成フッ素金雲母等が挙げ られる。金属酸化物及び/又は金属水酸化物の金属は、 チタン、鉄、亜鉛、ジルコニウム、コバルト、ニッケ ル、リチウム、ナトリウム、ケイ素、アルミニウム、ビ スマス、タングステン、スズより選択される。これらの 中で、チタン、鉄、亜鉛が好ましく、チタン、鉄が最も 好ましい。金属酸化物及び/又は金属水酸化物の一種ま たは二種以上の被覆量は、小径薄片状雲母に対して10 ~150質量%が好ましい。さらに好ましくは、10~ 120質量%である。

【0018】本発明において用いられる他の小径パール 剤としては、表面に酸化鉄とシリカを被覆したアルミニ ウム、もしくは表面に酸化鉄とシリカを被覆した酸化鉄 が挙げられる。

【0019】これらの小径パール剤は、一種または二種 以上が配合される。

【0020】本発明の小径パール剤は、公知の物質であり、公知の方法で製造することができるが、いわゆる有色パール剤として市販されているので、これらを用いるのが好都合である。市販品としては、例えば、ロナパールMP-45(マール社製)、テミロンMP-29(メルク社製)、シコパールファンタスティコ(ゴールド、ローザ、ルビン)(BASF社製)等が挙げられる。

【0021】小径パール剤の粒子の平均粒径は $10\sim60\mu$ mであり、 $2\sim100\mu$ mの粒度分布をもったものが好ましい。粒子の厚さは $0.2\sim2\mu$ mが好ましい。これらの範囲を外れると小径パール剤を配合することによって発揮される、爪に塗布した皮膜の美しさの向上効果が弱くなり、塗膜の仕上がり幅も期待できない。

【0022】小径パール剤の配合量は、前記大径板状粉末に対して10~120質量%であることが好ましい。さらに好ましくは、前記大径板状粉末に対して15~100質量%である。10質量%未満では、爪に塗布した皮膜の美しさの向上効果が不足し、幅のある塗膜の仕上がりも発揮しない。また、120質量%を超えて配合すると、再分散性の効果を悪くし、塗布時の操作性の向上効果が不足し、また、爪に塗布した皮膜の美しさの向上効果も不足するようになる。さらに、幅のある塗膜の仕上がりも発揮できない。

【0023】本発明に用いられる大径板状粉末のうち、 樹脂多層フィルム、アルミニウム蒸着フィルム、アルミ ニウム蒸着樹脂多層フィルム、板状アルミニウム、樹脂 被覆板状アルミニウムから選ばれる一種または二種以上 の微細粉末等の、光輝感のある樹脂、金属粉末であるラ メ剤の具体例としては、ポリエチレンテレフタレート・ アルミニウム・エポキシ積層末、ポリエチレンテレフタ レート・アルミニウム積層末、ポリエチレンテレフタレ ート・金積層末、ポリエチレンテレフタレート・ポリオ レフィン積層フィルム末、ポリエチレンテレフタレート ・ポリメチルメタクリレート積層フィルム末、ポリエチ レン・ポリエステル積層末、ポリエチレン・ポリエチレ ンテレフタレート積層末、アクリル樹脂被覆アルミニウ ム末、等が挙げられる。さらに、これらの粉末を法定色 素または無機顔料で着色したものを用いることもでき る。原料名としては、ダイヤホログラム HG-Sタイ プ各種、ダイヤホログラム HG-Sタイプ各種、ダイ ヤホログラム HG-EPタイプ各種、(ダイヤ工業社 製)、アルミフレーク シリーズ各種(各八魚燐箔社 製)、DCグリッター 各種、イリデッセントグリッタ

- 各種(ダイヤケムコ社製)等が挙げられる。粒径は  $100\sim1000\mu$  mであり、粒子の厚さは $5\sim60\mu$  mのものが好ましい。配合量としては、 $1\sim10$ 質量% であることが操作性の点で好ましい。

【0024】大径薄片状雲母系複合粉末(以下、大径パール剤ともいう)としては、大径薄片状雲母を核とし、該核雲母粒子の表面が金風酸化物及び/又は金風水酸化物の一種または二種以上で被覆されているものである。大径パール剤の核となる大径薄片状雲母は、天然雲母であっても、合成雲母であってもかまわない。このうち合成雲母としては、合成フッ素金雲母等が挙げられる。金属酸化物及び/又は金属水酸化物の金属は、チタン、鉄、亜鉛、ジルコニウム、コバルト、ニッケル、リチウム、ナトリウム、ケイ素、アルミニウム、ビスマス、タングステン、スズ等より選択される。これらの中で、チタン、鉄、亜鉛が好ましく、チタン、鉄が最も好ましい。

【0025】金属酸化物及び/又は金属水酸化物一種または二種以上の被覆量は、大径薄片状雲母に対して10~150質量%が好適である。さらに好適には、20~120質量%である。

【0026】これらの大径パール剤は、一種または二種以上が配合される。

【0027】本発明の大径パール剤は、公知のもので、公知の方法、例えば、特開平11-29429号公報に見られるような方法で製造することができる。一例を挙げれば、大径薄片状天然雲母100g(平均粒径約0.5mm、平均粒子厚約1μm)をイオン交換水11に添加して撹拌した後、得られた分散液に濃度40質量%の硫酸チタニル水溶液102mlを加えて撹拌しながら加熱し3時間沸騰させる。放冷後濾過水洗し100℃で乾燥させ、乾燥後700℃で2時間焼成し放冷するとアナターゼ型二酸化チタンが14質量%被覆された大径パール剤(銀色)が得られる。

【0028】大径パール剤の粒子の平均粒径は $300\sim600\mu$ mであり、 $100\sim1000\mu$ mの粒度分布をもったものが好ましい。粒子の厚さは $0.2\sim2\mu$ mが好ましい。平均粒径が $300\mu$ m未満では再分散性が悪くなり、また $600\mu$ mを超えると塗布時の操作性や塗膜の美しさが悪くなる。配合量としては、 $1.0\sim6.0$ 質量%であることが操作性等の点でさらに好ましい。

【0029】本発明の二層分離タイプの美爪料は溶剤系美爪料をベースにすることが最適である。溶剤系美爪料を構成する皮膜剤は、ニトロセルロース、アクリル樹脂など従来から用いられている公知のものを使用することができる。例えば、ニトロセルロースRS1/2秒、ニトロセルロースLIG1/2秒、ニトロセルロースHIG1/2秒、ニトロセルロースHIG2秒、ニトロセルロースHIG2秒、ニトロセルロースHIG2

0秒、ニトロセルロースLIG1/4秒、ニトロセルロースHIG1/4秒、ニトロセルロースLIG1/8秒、ニトロセルロースHIG1/8秒、ニトロセルロースHIG1/16秒等が挙げられる。ニトロセルロースは1種または2種以上を用いることができる。

【0030】ニトロセルロース等皮膜剤の配合量は、一般に美爪料全量に対し、5~25質量%程度である。

【0031】溶剤は、従来用いられているエステル系、アルコール系、炭化水素系等の公知のものを使用することができる。例えば、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸ブチル、エチルアルコール、イソプロピルアルコール、ブチルアルコール、トルエン、アセトン、メチルエチルケトン、酢酸イソブチル、酢酸プロピル、酢酸イソプロピル、プロピルアルコール等が挙げられる。溶剤は1種または2種以上を用いることができる。溶剤の配合量は使用性、色等によっても異なるが、一般に美爪料全量に対し50~85質量%程度である。

【0032】本発明の美爪料は、化粧品業界において一般にマニキュア類、美爪用製品等として用いられている 爪被覆剤を広く含むものであり、例えば、ベースコート、ネールエナメル、トップコート(オーバーコート)等が挙げられるが、これら例示に限定されるものでない。中でも、ネールエナメルの場合が最も効果的である。

【0033】本発明の美爪料には、本発明の効果を損な わない程度に上記構成成分の他に必要に応じて一般に美 爪料に配合される原料を配合することができる。

【0034】例えば、アルキッド樹脂、スルホンアミド樹脂、ショ糖安息香酸エステル、ショ糖酢酸酪酸エステル、セルロース誘導体等の上記以外の樹脂、可塑剤、香料、染料、薬剤、保湿剤、紫外線吸収剤、艶消剤、充填剤、界面活性剤、金属石鹸等が挙げられる。これらのうち、スルホンアミド樹脂等の上記以外の樹脂、可塑剤は、美爪料の使用性の点から配合するのが普通である。

【0035】本発明以外の顔料等の粉末についても配合を妨げるものではなく、例えば二酸化チタン、酸化鉄類、酸化ケイ素、有機顔料等が挙げられる。これらの配合量は、美爪料全量中0.1~3質量%が好ましい。さらに好ましくは、0.5~2質量%である。0.1質量%未満では意匠性の向上が不足し、3質量%を超えて配合するとパール剤の効果や再分散性を減少させる。

#### [0036]

【実施例】以下に本発明を実施例に基づいてさらに詳細に説明するが、本発明はこれによりなんら限定されるものでない。なお、配合量は質量%である。またニトロセルロースについてはいずれも30%IPA品での配合量である。

【0037】実施例に先立ち、本実施例で用いた各評価 方法について説明する。 【0038】 [再分散性] 各試料を25℃で1週間静置 した後、振った時の分散性を、下記基準により評価し た。

#### (評価基準)

○:容易に分散した

○:やや分散性が悪い

△:ほとんど分散しない

×:全く分散しない

【0039】 [塗布時の操作性] 各試料を充分振ってよく分散した後、これを専門パネル (20名) に使用してもらい、爪への塗りやすさ (一度塗り、二度塗り) について、下記基準により評価した。

#### 〈評価基準〉

- (1)良好(きれいに滑らかに塗れる)
- (2) やや良好(ややきれいに滑らかに塗れる)
- (3) やや不良(やや塗り難い)
- (4) 不良(非常に塗り難い)

#### 〈評価〉

- ◎:16名以上の専門パネルがやや良好以上の評価をした
- 〇:11~15名の専門パネルがやや良好以上の評価を した

△:6~10名の専門パネルがやや良好以上の評価をした

×:0~5名の専門パネルがやや良好以上の評価をした 【0040】 [仕上がりの美しさ] 専門パネル (20 名) に使用してもらい、仕上がりの美しさについて、下 記基準により評価した。

#### 〈評価基準〉

- (1) 意匠的に美しい
- (2) 意匠的にやや美しい
- (3) 意匠的にやや美しくない
- (4) 意匠的に美しくない

#### (評価)

- ◎:16名以上の専門パネルがやや美しい以上の評価を した
- ○:11~15名の専門パネルがやや美しい以上の評価をした
- △:6~10名の専門パネルがやや美しい以上の評価を した
- ×:0~5名の専門パネルがやや美しい以上の評価をした

【0041】 [塗膜の仕上がりの幅] 専門パネル(20名) に使用してもらい、塗膜の仕上がりの幅について、下記基準により評価した。

#### 〈評価基準〉

- (1) 質感 (塗膜の色調) に変化があって楽しめる
- (2) 質感(塗膜の色調)に変化があってやや楽しめる
- (3) 質感 (塗膜の色調) がやや単調である
- (4) 質感 (塗膜の色調) が単調である

#### (評価)

- ◎:16名以上の専門パネルがやや楽しめる以上の評価をした
- ○:11~15名の専門パネルがやや楽しめる以上の評価をした
- △:6~10名の専門パネルがやや楽しめる以上の評価をした
- ×:0~5名の専門パネルがやや楽しめる以上の評価を した

【0042】 (実施例 $1\sim18$ 、比較例 $1\sim6$ ) 表 $1\sim4$ に示す組成で常法により美爪料を調製し、それぞれにつき上記評価方法により評価した。結果をあわせて表 $1\sim4$ に示す。

[0043]

【表1】

	比較值	例 実施例			比較例		
	1	2	1	2	3	4	3
ニトロセルロース1/2秒	15	15	15	15	15	15	15
アルキッド樹脂	12	12	12	12	12	12	12
クエン酸アセチルトリエチル	4	4	4	4	4	4	4
nープチルアルコール	0.5	0. 5	0.5	0. 5	0. 5	0. 5	0.5
酢酸エチル	20	20	20	20	20	20	20
酢酸nーブチル	残余	残余	残余	残余	残余	残余	残余
エタノール	10	10	10	10	10	10	10
小径パール剤	3. 0	-	_	-	-	-	_
板状粉末(1)	_	3.0	_	_	_	-	_
大径板状粉末(2)	_	_	3.0	_	_	_	_
大径板状粉末(3)	_	_	_	3. 0	_	_	_
大径板状粉末(4)	_	_	_	_	3. 0	_	_

大径板状粉末(5)	_	_	_	_	_	3.0	-
大径板状粉末(6)	_	_	_	-	-	-	3. 0
再分散性	×	Δ	0	<b>o</b>	©	©	©
塗布時の操作性	0	0	0	0	0	0	×
仕上がりの美しさ	Δ	0	0	0	0	0	Δ

【0044】なお、表1において、使用した小径パール剤は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒径50μm、厚さ1μm、被覆率37質量%であった。大径板状粉末(1)は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒径80μm、厚さ1μm、被覆率37質量%であった。大径板状粉末(2)は、ポリエチレン・ポリエチレンテレフタレート積層末で、平均粒径100μm、厚さ25μmであった。大径板状粉末(3)は、ポリエチレン・ポリエチレンテレフタレート積層末で、平均粒径300μm、厚さ25μmであった。大径板状粉末(4)は、ポリエチレン・ポリエチレン・プリエチレン・ポリエチレン・ポリエチレン・ポリエチレンテレフタレート積層末で、平均粒径450μm、厚さ25μmであった。大径板状粉末

(5) は、ポリエチレン・ポリエチレンテレフタレート 積層末で、平均粒径1000 $\mu$ m、厚さ25 $\mu$ mであっ た。大径板状粉末(6)は、ポリエチレン・ポリエチレンテレフタレート積層末で、平均粒径  $1500\mu$  m、厚さ  $25\mu$  mであった。

【0045】表1から明らかなように、平均粒径100~ $1000\mu$ mの大径板状粉末を配合した本発明の実施例1~4は、再分散性、塗布時の操作性、仕上がりの美しさに優れることがわかる。

【0046】これに対し、平均粒径 $50\mu$ mの小径パール剤単独もしくは $80\mu$ mの板状粉末を配合した比較例 1、2は、再分散性が悪く、平均粒径  $1500\mu$ mの大径板状粉末を配合した比較例 3は、塗布時の操作性、仕上がりの美しさが悪いことがわかる。

【0047】 【表2】

	比較例	ij		実施	例		Н	之較例
	4	5	6	7	8	9	10	5
ニトロセルロース1/2秒	15	15	15	15	15	15	15	15
アルキッド樹脂	12	12	12	12	12	12	12	12
クエン酸アセチルトリエチバ	<b>レ 4</b>	4	4	4	4	4	4	4
n ーブチルアルコール	0.5	0.5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0.5	0.5
酢酸エチル	20	20	20	20	20	20	20	20
酢酸nーブチル	残余	残余	残余	残余	残余	残余	残余	残余
エタノール	10	10	10	10	10	10	10	10
大径板状粉末	0. 1	1.0	2. 0	3. 0	5. 0	8. 0	10.0	12.
再分散性		0	0	0	0	0		Δ
塗布時の操作性	Δ	0	0	0	0	0	Δ	×
仕上がりの美しさ	×	0	0	0	0	0	Δ	×

【0048】なお、表2において、使用した大径板状粉末は、ポリエチレンテレフタレート・アルミニウム・エポキシ積層末で、平均粒径450 $\mu$ m、厚さ25 $\mu$ mであった。

【0049】表2から明らかなように、平均粒径450  $\mu$  mの大径板状粉末を $1.0\sim10.0$  質量%配合した本発明の実施例 $5\sim10$ は、再分散性、塗布時の操作性、仕上がりの美しさに優れることがわかる。

【0050】これに対し、平均粒径 $450\mu$ mの大径板状粉末を0.1質量%配合した比較例4は、塗布時の操作性、仕上がりの美しさが悪く、平均粒径 $450\mu$ mの大径板状粉末を12.0質量%配合した比較例5は、塗布時の操作性、仕上がりの美しさが悪いことがわかる。

[0051]

【表3】

実施例

	11	12	13	14	15
ニトロセルロース1/2秒	15	15	15	15	15
アルキッド樹脂	12	12	12	12	12
クエン酸アセチルトリエチル	4	4	4	4	4
nープチルアルコール	0. 5	0. 5	0. 5	0.5	0. 5
酢酸エチル	20	20	20	20	20
酢酸nーブチル	残余	残余	残余	残余	残余
エタノール	10	10	10	10	10
大径板状粉末1(アルミ末)	3.0	3.0	3. 0	3.0	_
大径板状粉末2					
(大径パール剤)	_	_	_	_	3. 0
小径パール剤(1)	1.5	-	_	_	-
小径パール剤(2)	_	1.5	_		_
小径パール剤(3)		_	1. 5	_	1.5
小径パール剤(4)	-	_	_	1.5	_
再分散性	0	0	0	©	0
塗布時の操作性	0	0	0	0	0
仕上がりの美しさ	0	0	0	0	0
塗膜の仕上がりの幅	Δ	0	0	0	0

【0052】なお、表3において、使用した大径板状粉末1は、アルミニウム末で、平均粒径450μm、厚さ15μmであった。大径板状粉末2は、二酸化チタン被覆雲母(大径パール剤)で、平均粒径450μm、厚さ1μm、被覆率37質量%であった。小径パール剤(1)は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒径5μm、厚さ1μm、被覆率16質量%であった。小径パール剤(2)は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒径10μm、厚さ1μm、被覆率16質量%であった。小径パール剤(3)は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒径50μm、厚さ1μm、被覆率16質量%であった。小径パール剤(4)は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒径50μm、厚さ1μm、被覆率16質量%であった。小径パール剤(4)は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒径6

 $0 \mu$  m、厚さ  $1 \mu$  m、被覆率 1 6 質量% であった。 【 0 0 5 3 】表 3 から明らかなように、大径板状粉末と、平均粒径 1 0  $\sim$  6 0  $\mu$  mの小径パール剤を配合した実施例 1 2  $\sim$  1 5 は、塗布時の操作性、仕上がりの美しさを向上させ、塗膜の仕上がりの幅が優れていることがわかる。

【0054】これに対し、平均粒径5μm(実施例1 1)のパール剤を配合した場合は、塗膜の仕上がり幅の効果が充分でないことがわかる。

【0055】 【表4】

		実施例				
	16	17	18	19	6	
ニトロセルロース1/2秒	15	15	15	15	15	
アルキッド樹脂	12	12	12	12	12	
クエン酸アセチルトリエチル	4	4	4	4	4	
n -ブチルアルコール	0. 5	0.5	0. 5	0.5	0. 5	
酢酸エチル	20	20	20	20	20	
酢酸 n ープチル	残余	残余	残余	残余	残余	
エタノール	10	10	10	10	10	
大径板状粉末	3. 0	3. 0	3. 0	3.0	3. 0	
小径パール剤	0. 1	0.3	1.5	3. 6	5. 0	

再分散性	0	0	0	0	Δ
塗布時の操作性	0	0	0	0	Δ
仕上がりの美しさ	0	0	0	0	Δ
塗膜の仕上がりの幅	Δ	0	0	0	Δ

【0056】なお、表4において、使用した大径板状粉 末は、ポリエチレンテレフタレート・ポリオレフィン積 層フィルム末で、平均粒径450μm、厚さ25μm、 被覆率37質量%であった。また、小径パール剤は、二 酸化チタン被覆雲母で、平均粒径50μm、厚さ1μ m、被覆率16質量%であった。

【0057】表4から明らかなように、平均粒径50μ mの小径パール剤を平均粒径 4 5 0 μ mの大径板状粉末 に対して10~120質量%配合した実施例17~19 は、塗布時の操作性、仕上がりの美しさを向上させ、塗 膜の仕上がりの幅が優れていることがわかる。

【0058】これに対し、平均粒径50μmの小径パー ル剤を平均粒径450μmの大径板状粉末に対して3質 量%及び170質量%配合した実施例16及び比較例6 の場合は、塗布時の操作性、仕上がりの美しさの向上、 **塗膜の仕上がり幅の効果が必ずしも充分でないことがわ** かる。

[0059]

【表5】

	実施例			
	2 0	2 1	2 2	2 3
ニトロセルロース1/2秒	15	15	15	15
アルキッド樹脂	12	12	12	12
アエン酸アセチルトリエチル	4	4	4	4
ューブチルアルコール	0.5	0.5	0. 5	0.5
作酸エチル	20	20	20	20
作酸 n ーブチル	残余	残余	残余	残余
ニタノール	10	10	10	10
で径板状粉末[大径パール剤(1)]	3. 0		_	_
大径板状粉末[大径パール剤(2)]		3. 0	_	_
大径板状粉末[大径パール剤(3)]	_	_	3. 0	) —
大径板状粉末 [積層フィルム末]	-	_	_	3. 0
	0	0	0	0
<b>含布時の操作性</b>	0	0	0	0
土上がりの美しさ	0	0	0	0

【0060】なお、表5において、使用した大径パール 剤(1)は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒径300 μm、厚さ1μm、被覆率37質量%であった。大径パ ール剤(2)は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒径4 50μm、厚さ1μm、被覆率37質量%であった。大 径パール剤(3)は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒 径600μm、厚さ1μm、被覆率37質量%であっ た。大径板状粉末(積層フィルム)は、ポリエチレンテ レフタレート・ポリオレフィン積層フィルム末で、平均

(実施例24)

(配合成分) (質量%)

ニトロセルロース1/4秒(30%IPA) ニトロセルロース1/2秒 (30% IPA)

パラトルエンスルホンアミド樹脂

15.0

4.0

粒径400μm、厚さ20μmであった。

がりの美しさに優れることがわかる。

【0061】表5から明らかなように、平均粒径300

~600 µ mの大径パール剤を配合した本発明の実施例

20~22、大径板状粉末(積層フィルム末)を配合し た実施例23は、再分散性、塗布時の操作性、仕上がり

の美しさに優れ、特に実施例20~22は、さらに仕上

-8-

[0062]

4. 0

シュークロースベンゾエート	4.	o
クエン酸アセチルトリエチル	5.	0
イソプロピルアルコール	3.	0
n ープチルアルコール	1.	0
酢酸エチル	25.	0
酢酸nープチル	残	余
大径パール剤(1)	1.	5
大径パール剤(2)	0.	3
小径パール剤	1.	5
ポリエチレンテレフタレート・アルミニウム稽層末	1	0

【0063】なお、実施例24で用いた大径パール剤(1)は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒径400μm、粒度分布300~600μm、厚さ1μm、被覆率25質量%、また、実施例24で用いた大径パール剤(2)は、二酸化チタン、酸化鉄被覆雲母で、平均粒径500μm、粒度分布400~700μm、厚さ1μm、被覆率30質量%(二酸化チタン26質量%、酸化鉄4質量%)であった。また、実施例24で用いた小径

パール剤は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒径 $50\mu$  m、粒度分布 $20\sim100\mu$  m、厚さ $1\mu$  mであった。被覆率32 質量%であった。また、実施例24 に使用したポリエチレンテレフタレート・アルミニウム積層末は、ダイヤホログラム S-20(ダイヤ工業社製)を使用した。

【0064】(製法)常法により美爪料を得た。 【0065】

(実施例25)

(配合成分) (質量%)

ニトロセルロース1/2秒(30%IPA)	5. 0
アクリル樹脂	7. 0
アルキッド樹脂(バーサティック酸	6.0
グリシジルエステル変性)	
シュークロースベンゾエート	6. 0
クエン酸アセチルトリエチル	5. 0
イソプロピルアルコール	3. 0
n ープチルアルコール	1. 0
酢酸エチル	25.0
酢酸nーブチル	残余
大径パール剤	1.8
小径パール剤(1)	0.5
小径パール剤(2)	0.5
ポリエチレンテレフタレート・アルミニウム・エ	ポキシ積層末

0.9

【0066】なお、実施例25で用いた大径パール剤は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒径400 $\mu$ m、粒度分布300 $\sim$ 600 $\mu$ m、厚さ1 $\mu$ m、被覆率47質量%であった。また、実施例25で用いた小径パール剤(1)は、二酸化チタン、酸化鉄被覆雲母で、平均粒径50 $\mu$ m、粒度分布20 $\sim$ 100 $\mu$ m、厚さ1 $\mu$ m、被覆率28質量%(二酸化チタン20質量%、酸化鉄8質量%)、また、実施例24で用いた小径パール剤(2)

は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒径 $30\mu$ m、粒度分布 $40\sim100\mu$ m、厚さ $1\mu$ m、被覆率30質量%であった。また、実施例25で使用したポリエチレンテレフタレート・アルミニウム・エポキシ積層末は、DCグリッターシルバーC#0.1(ダイヤケムコ社製)を使用した。

【0067】常法により美爪料を得た。

[0068]

(実施例26)

(配合成分) (質量%)

ニトロセルロース1/4秒(30%IPA)	15.0
ニトロセルロース1/2秒(30%IPA)	4.0
パラトルエンスルホンアミド樹脂	4. 0
シュークロースベンゾエート	4. 0
クエン酸アセチルトリエチル	5. 0

イソプロピルアルコール3.0nープチルアルコール1.0酢酸エチル25.0酢酸 nープチル残余大径パール剤2.4小径パール剤2.0ポリエチレン・ポリオレフィン積層フィルム末1.0

【0069】なお、実施例26で用いた大径パール剤は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒径400μm、粒度分布300~600μm、厚さ1μm、被覆率25質量%であった。また、実施例26で用いた小径パール剤は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒径30μm、粒度分布10~50μm、厚さ1μm、被覆率64質量%

(二酸化チタン57質量%、酸化鉄7質量%)であり、ポリエチレン・ポリオレフィン積層フィルム末はイリデッセントグリッター IF-4101#0.3を使用した。

【0070】常法により美爪料を得た。 【0071】

(実施例27)

(配合成分) (質量%)

ニトロセルロース1/4秒 (30%IPA) 10.0 ニトロセルロース1/2秒 (30% I PA) 3. 0 トルエンスルホンアミド樹脂 7. 0 クエン酸アセチルトリエチル 5.0 nーブチルアルコール 3. 0 7. 0 エチルアルコール 20.0 酢酸エチル 残余 酢酸ブチル 3.0 大径パール剤 小径パール剤 2.5

【0072】なお、実施例27で用いた大径パール剤は、二酸化チタン被覆雲母で、平均粒径400 $\mu$ m、粒度分布300~600 $\mu$ m、厚さ1 $\mu$ m、被覆率25質量%であった。また、実施例27で用いた小径パール剤は、酸化鉄とシリカを被覆したアルミニウムや酸化鉄とシリカを被覆した酸化鉄で(平均粒径が $15\mu$ m~ $20\mu$ m、厚さ $0.6\mu$ m~ $0.9\mu$ m)、ここではBASF社製のシコパールファンタスティコゴールド、同ローザ、同ルビン(商品名)を混合して用いた。

【0073】実施例24~27で得られた美爪料は、粉

末の再分散性が良く、塗布時の操作性が良く、爪に塗布 した皮膜が美しい色調を呈するものであった。さらに、 塗膜の仕上がりに幅がでてくる効果をも有するものであ った。

【発明の効果】以上詳述したように本発明によれば、粉末の再分散性が良く、塗布時の操作性が良く、爪に塗布した皮膜が美しい色調を呈する、二層分離タイプの美爪料が得られる。さらに、ひとつの美爪料で塗膜の色調に変化をもたらし、仕上がりに幅がでてくる効果をも発揮する。

#### フロントページの続き

(72)発明者 曽山 美和

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内 F ターム(参考) 4C083 AA072 AB221 AB431 AC102 AC352 AC372 AD011 AD022 AD092 AD222 AD262 BB25 BB26 CC28 DD02 DD39 EE01 EE03 EE07

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
LENES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
□ other:

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.